

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Doc. 1-1 on ss 2 from WPIL using MAX

©Derwent Information

Drying aq. cpds. for use in wetting, washing and cleaning compsns. - using superheated steam as drying gas with energy supplied by direct heat exchange

Patent Number : **DE4204090**

International patents classification : B01D-001/18 B01D-005/00 B01F-017/00 C11D-001/12 C11D-011/00 C11D-011/02 C11D-017/00 F26B-003/08 F26B-003/10 B01D-053/26 B01J-002/02 C11D-011/04 C11D-017/06 F26B-021/04 F26B-025/00

• Abstract :

DE4204090 A In drying aq. cpds. or mixts. using superheated steam as drying gas, the energy needed for evapn. of water from the circulating steam is (partly) fed by direct heating with heat of combustion.

The heat of combustion is supplied as hot combustion gas, into the steam cycle and outside the drying zone, with removal of a corresp. amt. of gas from the circulating gas stream; supply is under conditions excluding damage to cpds. in the circulating steam, esp. with static mixers in the steam cycle into which the hot combustion gases are fed. The combustion gas is natural gas and/or H₂, with air, opt. lean in N₂, or O₂ as O₂ source.

USE - The process gives free-flowing tensides; the free flow and/or the bulk wt. can be ensured by admixture with sol. inorganic salts. A further application is prepn. of dry silicate-based prods., esp. for use in textile washing compsns., including swelling and/or non-swelling cpds., e.g. laminar silicates, e.g. bentonite and/or zeolites, esp. zeolite NaA, in washing compsn. quality. The process also gives textile washing powders or granulates, to which can be added heat-sensitive or steam-volatile components, to form the final textile washing compsn.atic (Dwg.0/0)

US5536430 A The process of producing anionic surfactant concentrates contg. at least about 35% by wt. of anionic surfactant in the form of solid, free-flowing powders or granules having an absorbent porous inner structure and an apparent density of from about 150 to about 370 g./l., comprising preparing aqueous solutions, emulsions or suspensions of the surfactant concentrates and drying the aqueous solutions, emulsions or suspensions of the surfactant concentrates with a drying medium consisting of superheated steam. (Dwg.0/0)

US5544427 A A process for the production of pourable and free flowing granules for use as wetting agents, detergents or cleaning products comprising:

a) drying an aqueous solution or suspension of materials selected from the group consisting of wetting agents, detergents, cleaning products and mixtures thereof, in a drying vessel using a hot gas stream of superheated steam to form granules thereof,

b) terminating step a) before said granules are damaged by heat,

c) freeing said hot gas stream from entrained particles of said materials by means of filters, and

d) exposing said filters to bursts of superheated steam to remove any particles of said materials from said filters. (Dwg.0/2)

US5637560 A A process for the production of wetting-, washing- or cleaning-active anionic surfactant salts comprising reacting inorganic or organic bases with anionic surfactant intermediates containing hydrophilic negatively charged groups attached to hydrophobic groups by combining a spray of the bases and the anionic surfactant intermediates to form salts of the anionic surfactant intermediates selected from the group consisting of carboxylates, sulphates, sulphonates, phosphates and phosphonates, and then introducing the spray into an inert gas phase consisting of superheated steam whereby the spray is at least partly dried.

• Publication data :

Patent Family : DE4204090 A1 19930819 DW1993-34 F26B-003/10 11p * AP: 1992DE-4204090 19920212
US5637560 A 19970610 DW1997-29 C11D-011/02 9p AP:
1993WO-EP00262 19930204; 1994US-0284699 19941012;
1996US-0613395 19960311
RU2113455 C1 19980620 DW1999-53 C11D-001/12 AP:
1994RU-0041833 19930209
US5536430 A 19960716 DW1996-34 C11D-011/00 12p FD:
Based on WO9316165 AP: 1993WO-EP00302 19930209; 1994US-0290860 19941012
US5544427 A 19960813 DW1996-38 F26B-003/08 9p FD:
Based on WO9315812 AP: 1993WO-EP00265 19930204; 1994US-0284694 19940812
AU9334530 A 19930903 DW1994-01 C11D-011/00 FD: Based on WO9316164 AP: 1993AU-0034530 19930204
AU9334532 A 19930903 DW1994-01 B01D-001/18 FD: Based on WO9315811 AP: 1993AU-0034532 19930204
AU9334949 A 19930903 DW1994-01 B01D-001/18 FD: Based on WO9315815 AP: 1993AU-0034949 19930204
AU9334960 A 19930903 DW1994-01 C11D-011/00 FD: Based on WO9316165 AP: 1993AU-0034960 19930209
CN1076383 A 19930922 DW1994-25 B01F-017/00 AP: 1993CN-0101459 19930211
CN1076482 A 19930922 DW1994-25 C11D-011/02 AP: 1993CN-0101454 19930211
CN1076520 A 19930922 DW1994-25 F26B-003/10 AP: 1993CN-0101456 19930211
CN1076722 A 19930929 DW1994-26 C11D-011/02 AP: 1993CN-0101457 19930211
CN1076723 A 19930929 DW1994-26 C11D-017/00 AP: 1993CN-0101455 19930211
TW-234142 A 19941111 DW1995-04 C11D-011/02 AP: 1993TW-0101639 19930305
EP-625924 A1 19941130 DW1995-01 B01D-005/00 Ger FD:

• Patentee & Inventor(s) :

Patent assignee : (HENK) HENKEL KGAA
(COGN-) COGNIS GES BIO & UMWELTTECHNOLOGIE MBH
Inventor(s) : FUES J; RAEHSE W; BECK W; WELPER S;
HLAVACEK W; RAHSE W; SCHMIDT J; GRUBER B; PAATZ K; PATTERBERG H; POLY W; SYLDATH A; JUNG D; VOGLER R; FUS J; REZE W; SONNEMANN D

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Based on WO9315816 AP: 1993EP-0917376 19930204; 1993WO-EP00263 19930204 DSR: AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE

EP-626005 A1 19941130 DW1995-01 C11D-011/00 Ger FD:
Based on WO9316165 AP: 1993EP-0903932 19930209; 1993WO-EP00302 19930209 DSR: AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE

EP-626006 A1 19941130 DW1995-01 C11D-011/00 Ger FD:
Based on WO9316164 AP: 1993EP-0917387 19930204; 1993WO-EP00262 19930204 DSR: DE ES FR GB IT

Priority n° : 1992DE-4204090 19920212; 1992DE-4204035 19920212; 1992DE-4206050 19920227; 1992DE-4206495 19920302; 1992DE-4206521 19920302; 1992DE-4208773 19920319; 1992DE-4209434 19920319; 1992DE-4234376 19921012; 1992DE-4209432 19920324

Covered countries : 17

Publications count : 18

Cited patents : DE2746927; GB2064346; US3325970; US4289577; DE4030688; WO9205849; EP-319819

• Accession codes :

Accession N° : 1993-265395 [34]
Related Acc. N° : 1993-265373 1993-272606 1993-272607 1993-272608 1993-272610 1993-272611 1993-272870 1993-272871 1994-151298

Sec. Acc. n° CPI : C1993-118326

Sec. Acc. n° non-CPI : N1993-203507

• Derwent codes :

Manual code : CPI: D11-A D11-B01 D11-D03
Derwent Classes : A97 D15 D25 E19 J01 J04 J08 Q76

• Update codes :

Basic update code : 1993-34
Equiv. update code : 1994-01; 1994-25; 1995-01; 1995-04; 1996-34; 1996-38; 1997-29; 1999-53

THIS PAGE BLANK (USE)



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①2 **Offenlegungsschrift**
①0 **DE 42 04 090 A 1**

⑤1 Int. Cl.⁵:
F 26 B 3/10
C 11 D 11/02
// (C11D 11/02,
1:12)C11D 9:04,1:66,
3:12,3:37,3:20,3:26,
3:04,3:39,3:386

②1 Aktenzeichen: P 42 04 090.6
②2 Anmeldetag: 12. 2. 92
④3 Offenlegungstag: 19. 8. 93

DE 42 04 090 A 1

⑦1 Anmelder:

Cognis Gesellschaft für Bio- und Umwelttechnologie
mbH, 4000 Düsseldorf, DE

⑦2 Erfinder:

Rähse, Wilfried, Dr., 4000 Düsseldorf, DE; Fues,
Johann-Friedrich, Dr., 4048 Grevenbroich, DE;
Schmidt, Jörg-Martin, 4000 Düsseldorf, DE;
Hlavacek, Wolfgang, Brunn, AT

⑤4 Vereinfachtes Trocknungsverfahren für Wertstoffe und Wertstoffgemische aus dem Bereich der Wasch- und Reinigungsmittel mit überhitztem Wasserdampf

⑤7 Beschrieben wird ein Verfahren zur Trocknung von wasserhaltigen Wertstoffen oder Wertstoffgemischen, die als Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel und/oder zur Verwendung in solchen Mitteln geeignet sind und auch als wäßrige Zubereitungen vorliegen können, unter Einsatz von überhitztem Wasserdampf als Trocknungsgas, das nach Ausschleusen des verdampften Wasseranteiles im Kreislauf in die Trocknungsstufe zurückgeführt wird.
Das Verfahren der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß der für die Wasserverdampfung benötigte Energiebetrag dem Dampfkreislaufstrom wenigstens anteilsweise durch Direkt-Beheizung mit Verbrennungswärme zugeführt wird. Bevorzugt werden heiße Verbrennungsgase außerhalb der Trocknungszone in den Dampfkreislauf eingespeist, während eine den zugeführten Verbrennungsgasen entsprechende Gasmenge dem Kreislaufgasstrom entnommen wird. Das erfindungsgemäße Verfahren ist insbesondere zur Anwendung bei der Gewinnung von rieselfähigen Tensidfeststoffen geeignet. Ein weiteres bevorzugtes Anwendungsgebiet ist der Einsatz dieses Verfahrens zur Herstellung getrockneter Wertstoffe auf Silikatbasis, die insbesondere in Textilwaschmitteln Verwendung finden können. Schließlich können im erfindungsgemäßen Verfahren in vorteilhafter Weise übliche Textilwaschmittel-Turmpulver gewonnen werden, denen temperatursensitive und/oder wasserdampf-flüchtige Komponenten zum Aufbau der fertigen Textilwaschmittel zugesetzt werden können.

DE 42 04 090 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein verbessertes Verfahren zur Gewinnung hochwertiger feinteiliger fester schütt- beziehungsweise rieselfähiger Wertstoffe oder Wertstoffgemische, die als Netz-, Wasch- und Reinigungsmittel und/oder zur Verwendung in solchen Mitteln geeignet sind, aus ihren wäßrigen Zubereitungen. Das erfindungsgemäße Verfahren arbeitet mit einem oder mehreren Trocknungsschritten, wobei überhitzter Wasserdampf als Trocknungsgas verwendet wird.

Die Sprühtrocknung wäßriger Zubereitungen von Wertstoffen der genannten Art, die in großem Umfang beispielsweise als Textilwaschmittel Verwendung finden, wird seit Jahrzehnten in großtechnischem Maßstab durchgeführt. Als Trocknungsgasstrom werden Heißluft beziehungsweise Gemische von Luft und heißen Verbrennungsabgasen eingesetzt. Textilwaschpulver beziehungsweise Wertstoffe und/oder Wertstoffgemische zur Herstellung von Textilwaschmitteln in schütt- und rieselfähiger Pulverform werden in entsprechenden Sprühtürmen in der Regel im Bereich des Umgebungsdrucks in Gleichstrom- oder häufiger in Gegenstromfahrweise gewonnen.

Die Anmelderin beschreibt in ihrer älteren Anmeldung DE-A 40 30 688 ein Verfahren zur Gewinnung solcher feinteiliger fester schütt- beziehungsweise rieselfähiger Wertstoffe oder Wertstoffgemische für Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel aus ihren wäßrigen Zubereitungen, wobei überhitzter Wasserdampf als trocknender Heißgasstrom eingesetzt und dabei die Trocknung des partikulären Gutes vor dessen Gefährdung durch thermische Einwirkung abgebrochen wird. Erforderlichenfalls wird dabei die lagerbeständige Schütt- beziehungsweise Rieselfähigkeit des derart partiell aufgetrockneten Gutes durch Zusatz solcher Mischungsbestandteile sichergestellt, die zur Bindung begrenzter Wassermengen befähigt sind. Neben oder anstelle dieser Maßnahme kann auch eine Nachbehandlung zur Homogenisierung des Restfeuchtegehaltes im partikulären Gut und/oder dessen Nachtrocknung unter Wertstoff-schonenden Bedingungen angeschlossen werden. Die Lehre der im nachfolgenden geschilderten Erfindung betrifft eine gezielte Ausgestaltung dieses Verfahrens aus der genannten älteren Anmeldung.

Die erfindungsgemäße Lehre geht von der Aufgabe aus eine möglichst kostensparende Variante eines solchen Trocknungsverfahrens zu beschreiben, ohne dabei die wesentlichen Grund-Charakteristika des Trocknens im Strom des überhitzten Wasserdampfs aufgeben zu müssen. Die erfindungsgemäße Lehre will dabei insbesondere eine technisch vereinfachte Lösung für die Zuführung beziehungsweise den Ersatz des Energiebetrages in den Dampfkreislaufstrom ermöglichen, der durch die Verdampfung des Wassers aus dem zu trocknenden Gut dem überhitzten Dampfstrom entnommen und mit dem verdampften Wasseranteil aus dem Dampfkreislaufstrom ausgeschleust wird. Die erfindungsgemäße Lehre will dabei an der Möglichkeit festhalten, beim Einsatz von überhitztem Wasserdampf als Trocknungsgas die Gewinnung hochwertiger Wertstoffe beziehungsweise Wertstoffgemische des hier betroffenen Arbeitsbereiches zu ermöglichen. Die Schwierigkeiten für eine solche Aufgabenstellung werden aus den nachfolgenden lediglich beispielhaft gebrachten Überlegungen ersichtlich:

Die in der Praxis heute an hochwertige Reinigungsmittel, insbesondere Textilwaschmittel, gestellten An-

forderungen erschöpfen sich nicht in Erwartungen zur Leistungsfähigkeit im praktischen Einsatz. Wichtig sind darüberhinaus das visuelle Erscheinungsbild — bei Textilwaschmitteln beispielsweise die Hellfarbigkeit — sowie weiterführende physikalische Stoffeigenschaften wie gute Rieselfähigkeit, hohes Schüttgewicht, rasches Auflösungsvermögen in Wasser beziehungsweise gute Einspüleigenschaften und dergleichen.

Die Lehre der Erfindung geht von der Aufgabe aus, im Rahmen des hier betroffenen Arbeitsgebietes für die Wertstofftrocknung mit überhitztem Wasserdampf als Trocknungsmedium optimierte Bedingungen aufzuzeigen, die den Zugang zu den geforderten hochwertigen Wertstoffen beziehungsweise Wertstoffgemischen im Trockenzustand ermöglichen.

Zu berücksichtigen ist in diesem Zusammenhang, daß bis heute die praktischen Erfahrungen beim Einsatz von Trocknungsverfahren unter Verwendung von überhitztem Wasserdampf als Trocknungsgas sehr beschränkt sind, obwohl diese Technologie an sich seit dem Anfang dieses Jahrhunderts bekannt ist und in der Literatur wiederholt beschrieben wird. Die ältere Patentanmeldung DE-A 40 30 688 setzt sich mit dem einschlägigen druckschriftlichen Stand der Technik ausführlich auseinander. Auf diese Angaben der älteren Anmeldung sei hier verwiesen und lediglich die nachfolgenden Veröffentlichungen benannt, die ihrerseits umfangreiche Literaturverzeichnisse zu diesem Arbeitsgebiet beinhalten: A.M. Trommelen et al. "Evaporation and Drying of Drops in Superheated Vapors" AIChE Journal 16 (1970) 857—867; Colin Beeby et al. "STEAM DRYING" Soc of Chem Eng. Japan, Tokyo (1984), 51—68 sowie W.A. Stein "Berechnung der Verdampfung von Flüssigkeit aus feuchten Produkten im Sprühturm" Verfahrenstechnik 7 (1973) 262—267.

Gegenstand der Erfindung

Gegenstand der Erfindung ist das im nachfolgenden beschriebene Verfahren zur Trocknung von wasserhaltigen Wertstoffen oder Wertstoffgemischen, die als Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel und/oder zur Verwendung in solchen Mitteln geeignet sind und auch als wäßrige Zubereitungen vorliegen können, unter Einsatz von überhitztem Wasserdampf als Trocknungsgas. Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß der für die Wasserverdampfung benötigte Energiebetrag dem Dampfkreislaufstrom wenigstens anteilsweise durch Direkt-Beheizung mit Verbrennungswärme zugeführt wird.

In den wichtigsten Ausführungsformen des Verfahrens wird die Verbrennungswärme in der Form heißer Verbrennungsgase dem Dampfkreislauf zugeführt, wobei es weiterhin bevorzugt ist, diese heißen Verbrennungsgase in der jeweils benötigten Menge in den Dampfkreislauf außerhalb der Trocknungszone einzuspeisen. Zweckmäßigerweise erfolgt die Einspeisung der zur Wiederaufheizung des überhitzten Wasserdampfstroms benötigten Energiemenge in Fließrichtung gesehen nach der Auskreisung des in der Trocknungszone verdampften Wasseranteiles und dabei zweckmäßigerweise unmittelbar vor dem Wiedereintritt des überhitzten Wasserdampfstromes in die Trocknungszone.

Die Erfindung betrifft in weiteren Ausführungsformen die Anwendung dieses Verfahrens zur Gewinnung von rieselfähigen Tensid-Feststoffen, insbesondere aus dem Bereich der Aniontenside auf Naturstoffbasis, wei-

terhin die Anwendung auf die Gewinnung getrockneter Wertstoffe auf Silikat-Basis, die insbesondere in Textilwaschmitteln Verwendung finden können, sowie schließlich auf die Anwendung des beschriebenen Verfahrens zur Gewinnung sogenannter Textilwaschmittel-Turmpulver, denen temperatursensitive und/oder wasserdampfgefährliche Komponenten zum Aufbau beziehungsweise zur vollen Rezeptierung der fertigen Textilwaschmittel nachträglich zugesetzt werden können.

Einzelheiten zur erfindungsgemäßen Lehre

Die im Rahmen der vorliegenden Offenbarung betroffene technische Lehre ist eine Weiterentwicklung der bereits mehrfach zitierten älteren Anmeldung DE-A 40 30 688. Aus Gründen der Vollständigkeit der Erfindungsoffenbarung wird hiermit die Offenbarung dieser älteren Anmeldung ausdrücklich auch zum Gegenstand der vorliegenden Erfindungsoffenbarung gemacht. Darüberhinausgehend sind die folgenden Verfahrenselemente wichtig:

Auch unter den erfindungsgemäßen Arbeitsbedingungen kann die Trocknung mit dem überhitzten Wasserdampf einerseits als Sprühtrocknung und/oder andererseits aber auch als Trocknung in Wirbelschicht vorgenommen werden. Vergleichsweise hoch wasserhaltige Einsatzmaterialien liegen beispielsweise als fließfähige und versprühbare wäßrige Lösungen, Emulsionen und/oder Suspensionen der aufzutrocknenden Wertstoffe beziehungsweise Wertstoffgemische vor. Einsatzmaterialien dieser Art werden in einer wichtigen Ausführungsform der an sich bekannten Technologie der Sprühtrocknung unterworfen. Hier wird das aus der konventionellen Sprühtrocknung bekannte Ergebnis sichergestellt, das fließfähige nasse Einsatzmaterial in feiner Partikelform ohne nennenswertes Verkleben der Partikel miteinander oder wenigstens unter einer steuerbaren Einstellung der Partikelgröße aufzutrocknen. Die Sprühtrocknung kann in entsprechend ausgerüsteten Sprühtürmen in Gleichstrom- oder in Gegenstromfahrweise vorgenommen werden. Die Anwendung des Gegenstromprinzips ist auch im Rahmen des erfindungsgemäßen Arbeitens in der Regel bevorzugt. Wird andererseits das erfindungsgemäße Trocknungsprinzip im Rahmen einer Wirbelschichttrocknung eingesetzt, so können auch hier die bekannten Arbeitsprinzipien einer möglichen Kornvergrößerung zum Einsatz kommen.

Die Einspeisung der heißen Verbrennungsgase in den Dampfkreislauf erfolgt vorzugsweise unter Bedingungen, die eine Schädigung des Wertstoffgehaltes im Dampfkreislaufstrom wenigstens weitgehend ausschließen. Im Rahmen der Auftrocknung von Wertstoffgemischen der erfindungsgemäß betroffenen Art ist ja in der Regel davon auszugehen, daß beschränkte Mengen der zu trocknenden Wertstoffe beziehungsweise Wertstoffgemische zusammen mit der Dampfphase aus der Trocknungsstufe ausgetragen werden und nachfolgend anteilsweise über den im Kreislauf geführten Dampfteilstrom wieder in die Trocknungszone zurückgelangen. Wesentlich ist hier zunächst die Auswahl des Ortes der Direkteinspeisung der heißen Verbrennungsgase in das Dampfkreislaufsystem. Erfindungsgemäß wird es bevorzugt, diese Einspeisung der Verbrennungsgase in den zurückgeführten Dampfkreislauf-Teilstrom vorzunehmen, nachdem die durch Trocknung angefallene Dampfteilmenge aus dem Kreislaufsystem ausgespeist worden ist. Es kann bevorzugt sein, die Zuführung der Verbrennungsgase zur Wiederaufheizung des Dampf-

kreislaufstromes unmittelbar vor dessen Wiedereintritt in die Trocknungszone vorzusehen.

Am Ort der Einspeisung der heißen Verbrennungsgase ist besondere Sorgfalt darauf zu verwenden, hier mögliche Schädigungen der im Kreislauf geführten geringen Wertstoffanteile so niedrig wie möglich zu halten. Unerwünschte Stoffschädigungen können beispielsweise ausgelöst werden durch die Einwirkung sehr hoher Temperaturen für einen zu langen Verweilzeitraum. Zur Minderung und/oder Beseitigung dieses Risikos sieht die Erfindung vor, eine rasche Vermischung der eingespeisten heißen Brenngase in den Kreislaufgasstrom vorzunehmen. In besonders wirkungsvoller Weise wird das wie folgt durchgeführt:

In einem separat angeordneten Brenner werden die heißen Verbrennungsgase erzeugt, dabei wird die eingesetzte Sauerstoffmenge auf das aus verfahrenstechnischen und sicherheitstechnischen Überlegungen notwendige Mindestmaß beschränkt, so daß praktisch kein oder kein wesentlicher Sauerstoffüberschuß in das Dampfkreislaufsystem gelangt. Die heißen Abgase aus dem Brenner werden bevorzugt zentral im Rohr des Kreislaufgases eingeleitet. Unmittelbar im Anschluß daran wird für eine intensive Vermischung der heißen Brenngase mit dem Kreislaufgasstrom gesorgt. In einfacher Weise erfolgt das durch einen nachgeschalteten statischen Mischer, der nicht nur eine gleichmäßige Temperaturverteilung im Gasstrom sicherstellt, sondern auch zuverlässig Temperatur-Strahlenbildungen verhindert. Die Temperatur der Verbrennungsgase kann dabei den jeweiligen Bedingungen in gewissem Ausmaß angepaßt werden. In Betracht kommt insbesondere der Bereich von etwa 400 bis 1000°C, wobei Temperaturen im Bereich von etwa 500 bis 900°C besonders geeignet sein können. In der Optimierung der miteinander in Beziehung stehenden Bedingungen von Temperatur und Menge des hier eingespeisten heißen Verbrennungsgasstromes unter Anpassung an das jeweils zu trocknende wasserhaltige Gut liegt eine wichtige Steuerungsmöglichkeit im Sinne des erfindungsgemäßen Handelns.

In der hier dargestellten speziellen Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens werden die an sich im Konflikt miteinander stehenden Konzeptionen jeweils optimal verwirklicht: Möglichst wirtschaftliche und einfache Wiederaufheizung des Wasserdampfkreislaufstromes durch unmittelbare Einleitung von heißen Verbrennungsgasen im benötigten Ausmaß, sowie möglichst weitgehende Schonung des an sich thermisch und/oder oxydativ empfindlichen Trocknungsgutes, das bei Stoffen beziehungsweise Stoffgemischen der erfindungsgemäß betroffenen Art anteilsweise befähigt sein kann im Dampfkreislauf — wenn auch in geringen Konzentrationen — mit zu wandern.

Die erfindungsgemäß vorgesehene direkte Überheizung des Kreislaufgases durch Einleitung von Verbrennungsgasen kann in vielgestaltiger Form erfolgen. Zur Direktbeheizung können als Brenngase bevorzugt Erdgas und/oder vergleichbare niedere Kohlenwasserstoffe beziehungsweise Kohlenwasserstoffgemische und/oder Wasserstoff eingesetzt werden. Als Sauerstoffquelle wird für die Verbrennung mit Luft, mit Sauerstoff oder mit Stickstoff abgereicherter Luft gearbeitet. Beispielsweise für den Betrieb des Brenners aufgezählt: Beheizung des Kreislaufgases durch Verbrennung von Wasserstoff und Sauerstoffs
Beheizung des Kreislaufgases mit stöchiometrisch ver-

branntem Erdgas

Beheizung des Kreislaufgases durch Verbrennung von Methan mit reinem Sauerstoff

Eindüsen von Dampf in den Brenner zur Senkung der Flammtemperatur, wobei diese Maßnahme insbesondere bei besonders exothermen Reaktionen — beispielsweise der Verbrennung von Wasserstoff und Sauerstoff — zweckmäßig sein kann.

Verwendung von Gemischen von beispielsweise Erdgas und Wasserstoff als Brennstoff.

Im Rahmen der nachfolgenden Verfahrensbeispiele wird auf Besonderheiten der hier nur summarisch aufgezählten Möglichkeiten zum Betrieb des Brenners und der dabei zu beachtenden bevorzugten Arbeitsregeln eingegangen.

Die erfindungsgemäß vorgesehene unmittelbare Einspeisung der benötigten Verdampfungsenergie in den Wasserdampfkreislaufstrom durch heiße Brenngase macht dann allerdings auch die Auspeisung entsprechender Anteile der Gas- beziehungsweise Dampfphase aus dem Kreislauf erforderlich. Im stationären Betrieb handelt es sich dabei allerdings um vergleichsweise geringe Anteile. Zusätzlich zur Ausschleusung des verdampften Wasserbetrages aus dem Dampfstrom nach Verlassen der Trocknungszone müssen im stationären Betrieb dem im Kreislauf geführten Dampf- beziehungsweise Gasgemenge in der Regel nicht mehr als etwa 10 Vol.-% und bevorzugt nicht mehr als etwa 5 bis 6 Vol.-% entnommen werden — Vol.-% jeweils bezogen auf die Gaskreislaufmenge. Durch die Wahl der Brenngaskomponenten im Brenner wird die Beschaffenheit des im stationären Betrieb sich einstellenden Dampf/Verbrennungsgas-Gemenge bestimmt. Neben dem Wasserdampf kommen hier als in vergleichsweise beschränkter Menge vorliegende Anteile von CO₂ und/oder Stickstoff in Betracht. Wird der zur Wiederaufheizung des Dampfkreislaufstromes eingesetzte Brenner mit Wasserstoff und Sauerstoff als Brenngas betrieben, bleibt die reine Wasserdampfgasatmosphäre im wesentlichen erhalten. Ein anderes Extrem ist beim Betrieb des Brenners einerseits mit Erdgas und andererseits mit Luft gegeben. Hier wird — neben dem aus der Verbrennung entstehenden Wasseranteil — Kohlendioxid und Stickstoff als Mischungsbestandteile in den Trocknungsgasstrom eingeführt. Diese Grenzüberlegungen zeigen, daß im erfindungsgemäßen Verfahren über die Auswahl der jeweiligen Brenngase die Möglichkeit besteht, die Bedingungen des Trocknungsverfahrens mit dem im wesentlichen aus überhitztem Wasserdampf bestehenden Gasstrom zu steuern und den jeweiligen Gegebenheiten anzupassen. Dabei kann der inerte Stickstoff als zusätzlicher Bestandteil der Trocknungsgasphase gegebenenfalls akzeptabler sein als CO₂-Anteile des Kreislaufgases. Diese Situation wird dann gegeben sein, wenn auf eine unerwünschte in situ-Carbonatbildung beim Trocknungsprozeß Rücksicht genommen werden muß. Ersichtlich ist aus der Darstellung der erfindungsgemäß gegebenen Möglichkeiten, daß auch das technologisch vereinfachte und wirtschaftlich optimierte Verfahren der Erfindung breit anwendbare Möglichkeiten zur Anpassung an die jeweilige Aufgabenstellung beinhaltet.

Die dem Trocknungsgaskreislauf entnommenen Anteile können — gegebenenfalls nach einer Kondensation des Wasserdampfanteiles im ausgeschleusten Gasgemenge — zur Befreiung von Rest-Wertstoffen einer Wasserwäsche unterworfen werden, wobei das Wasser wenigstens anteilsweise wieder in die Dampf-

trocknung zurückgeführt werden kann.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird es bevorzugt mit Innendruck des dampferfüllten Systems im Bereich des Normaldrucks zu arbeiten. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kann es dabei aber zweckmäßig sein, derart angehobene Drucke im Kreislaufsystem einzustellen, daß — beispielsweise an Schädstellen, wie sie in großtechnischen Anlagen niemals völlig auszuschließen sind — Lufteinbrüche in das dampferfüllte Kreislaufsystem mit Sicherheit verhindert werden können. Geeignete Arbeitsdrucke liegen beispielsweise im Bereich bis etwa 150 cm Wassersäule, zweckmäßig bis etwa 75 cm Wassersäule und vorzugsweise unterhalb 50 cm Wassersäule. Der Bereich von etwa 5 bis 15 cm Wassersäule System-Innendruck kann besonders bevorzugt sein. Die Trocknung mit dem überhitzten Wasserdampf im Sinne der erfindungsgemäßen Lehre ist prinzipiell natürlich auch bei Unterdrücken, insbesondere im Bereich mäßiger Unterdrücke möglich, erfordert dann aber einen erhöhten technischen Aufwand zur Sicherstellung des Ausschlusses möglicher Schädstellen im Kreislaufsystem, durch die unerwünschte Lufteinbrüche ausgelöst werden könnten.

Gleichwohl schließt die Lehre der Erfindung das Arbeiten bei mäßigen Unterdrücken ausdrücklich mit ein. Die zu den bevorzugten Bereichen des Überdrucks angegebenen Zahlenwerte sind hier sinngemäß anzuwenden.

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens gelten im übrigen weitgehend die Angaben des eingangs genannten älteren Schutzrechtes der Anmelderin zur Trocknung der hier betroffenen Wertstoffgemische mit überhitztem Wasserdampf als Trocknungsgas. Zur Vervollständigung der Erfindungsoffenbarung werden diese Angaben hier — soweit erforderlich — auszugsweise wiederholt:

In der älteren Anmeldung ist als wesentlicher Gedanke zum Verständnis der Lehre des Trocknens von Wirkstoffgemischen der hier betroffenen Art mittels Heißdampf die Möglichkeit zum Verzicht auf die Einstellung optimaler Trocknungsergebnisse durch Heißdampfeinwirkung im Verfahrensendprodukt gesehen. Grundsätzlich gilt das auch im Rahmen der erfindungsgemäßen Lehre. Es hat sich allerdings gezeigt, daß beim zuverlässigen Ausschluß von Störfaktoren wie Luft beziehungsweise Sauerstoff auch solche Stoffgemische vergleichsweise temperaturunempfindlich sind, die unter den konventionellen Trocknungsbedingungen mit Heißgasen schneller zu unerwünschten Fremdreaktionen — beispielsweise Verfärbung, Verkrustung und dergleichen — neigen. Für den Einsatz der Heißdampftrocknung bedeutet das, daß ein sicheres Arbeiten sowohl mit Heißdampf in vergleichsweise hohen Temperaturbereichen als auch Auftrocknungsgrade bis auf sehr geringe Restfeuchtwerte ohne negative Beeinträchtigung der Stoffbeschaffenheit möglich sind. So können Restfeuchten deutlich unter 1 Gew.-%, beispielsweise im Bereich bis etwa 0,5 Gew.-% oder sogar noch darunter, im Trockengut eingestellt werden. Gleichzeitig kann mit Arbeitstemperaturen des aus der Trocknungszone austretenden verbrauchten Dampfes von oberhalb 100 bis 110°C, vorzugsweise oberhalb 150°C und insbesondere oberhalb 180°C, gearbeitet werden.

Gleichwohl gilt, daß auch Restfeuchten gegebenenfalls beträchtlichen Ausmaßes toleriert werden können, wenn in der Zusammensetzung des Gutes sichergestellt ist, daß durch eine Art "Innerer Trocknung" eine soweitgehende Bindung dieses Restwassers stattfindet, daß die

lagerbeständige Schütt- und Rieselfähigkeit des Trockengutes gewährleistet ist.

Wie in der älteren Anmeldung beschrieben, sieht auch die Lehre der Erfindung neben oder anstelle dieses Hilfsmaßnahme die Nachbehandlung eines primär angefallenen teilgetrockneten Gutes vor. Eine solche Nachbehandlung wird durch 2 technische Konzeptionen bestimmt, die auch miteinander verbunden werden können.

Die erste dieser Konzeptionen geht von der Tatsache aus, daß der individuelle Auf Trocknungsgrad des jeweils betroffenen Tröpfchens von seiner Teilchengröße bestimmt wird. Wird im erfindungsgemäßen Sinne das Sprühtrocknungsverfahren zu einem Zeitpunkt abgebrochen, an dem noch beträchtliche Mengen an Restfeuchte im Gut vorliegen, dann wird eine integrale Betrachtung des Restfeuchtegehaltes der Wirklichkeit nur teilweise gerecht. In der differentiellen Betrachtung der Verteilung dieser Restfeuchte über die einzelnen Gutanteile zeigt sich, daß die fein- beziehungsweise Feinstanteile sehr weitgehend oder vollständig aufgetrocknet sein können, während die größeren Gutanteile noch so beträchtliche Feuchtigkeitsmengen enthalten, daß eine lagerbeständige Schütt- und Rieselfähigkeit für das der Sprühzone entnommene Gut noch nicht sichergestellt ist. In einer wichtigen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird dementsprechend eine "Nachtrocknung" des Primärgutes aus der Sprühtrocknungszone durch einen zusätzlichen Behandlungsschritt erreicht, der — ohne das pulverförmige Gut einer Gefährdung durch Verklebung auszusetzen — zu einer Homogenisierung des Feuchtegehaltes über das Gesamtgut unabhängig von der individuellen Teilchengröße führt. Auf diese Weise kann aus den noch vergleichsweise feuchten größeren Anteilen des Gutes soviel an Restfeuchte in das Fein- und Feinstgut übertragen werden, daß nach diesem Homogenisierungsschritt die lagerbeständige Schütt- und Rieselfähigkeit des Trockengutes gewährleistet sind, ohne das es des zusätzlichen Austrages weiterer Feuchtemengen aus dem Schüttgut bedarf.

Zur Verwirklichung dieser Nachbehandlungsstufe sind alle Verfahrenstechniken geeignet, die den Feuchtigkeitsausgleich zwischen den einzelnen Partikeln unter gleichzeitiger Verhinderung eines Verklebens der Masse sicherstellen. Lediglich beispielhaft seien hier benannt das Umwälzen oder Schütteln des primär angefallenen Gutes im kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Verfahren. Besonders geeignet kann eine Nachbehandlung des Gutes in einer Wirbelschicht sein, die im Vergleich zum Sprühtrocknungsverfahren eine sehr viel höhere Feststoffdichte aufweist. Hierbei kann mit beliebigen Gasen, beispielsweise ganz einfach mit Umgebungsluft, gearbeitet werden. Oxydative Materialgefährdungen und/oder unerwünschte Verunreinigungen der Abluft treten hierbei nicht mehr auf, beziehungsweise sind leicht zu beherrschen. Da das zu trocknende Gut der Sprühtrocknungszone mit erhöhter Temperatur — üblicherweise im Bereich von etwa 100°C — entnommen wird, kann über eine solche nachgeschaltete Feuchtigkeitshomogenisierung im Rahmen einer Wirbelschicht, beispielsweise mit Umgebungsluft, noch eine geringfügige zusätzliche Absenkung der Restfeuchte erzielt werden.

Neben oder anstelle einer solchen Hilfsmaßnahme kann im erfindungsgemäßen Verfahren aber auch eine zusätzliche Trocknung zur weiteren Absenkung der Restfeuchte vorgesehen sein. Erweist sich diese Nacht-

rocknung als wünschenswert, so wird im allgemeinen eine solche zusätzliche Nachtrocknungsstufe hinreichend sein. Die Nachtrocknung in einer Sequenz mehrerer Stufen ist von der Lehre der Erfindung jedoch nicht ausgeschlossen. Charakteristisch für die Nachtrocknungsstufe(n) ist, daß hier unter Bedingungen gearbeitet wird, die eine substantielle Gefährdung der Wertstoffe des Trockengutes ausschließen. Prinzipiell steht hier eine Mehrzahl von Verfahrensparametern zur Risikominderung zur Verfügung. Beispielhaft seien genannt: Absenkung der Temperatur der Heißgasphase, Verzicht auf überhitzten Wasserdampf als Heißgas und dessen Ersatz durch Trocknungsgase anderen Ursprungs, beispielsweise Luft und/oder Inertgas sowie Übergang in eine andere Trocknungstechnologie.

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird beim Einsatz eines solchen Nachtrocknungsschrittes die Feststoffdichte des zu trocknenden Gutes im Heißgasstrom substantiell erhöht, so daß sich in dieser Nachtrocknung die Verfahrensprinzipien einer Wirbelschichttrocknung der Sprühtrocknung aus der ersten Verfahrensstufe anschließen. Die Stufe dieser nachgeschalteten Wirbelschichttrocknung kann ihrerseits mit beliebigen Trocknungsgasen betrieben werden. In der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird auch hier überhitzter Wasserdampf als Heißgas eingesetzt. Durch den intensiven Temperaturexaustausch zwischen den jetzt vergleichsweise dicht gepackten Feststoffteilchen kann damit aber der unerwünschten Überhitzung des zu trocknenden Gutes und insbesondere der Gefahr der Überhitzung des Feinkornanteiles dieses Gutes wirkungsvoll gegengesteuert werden. In bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung können auch in diesem Falle durch Zusammensetzung des zu trocknenden Gutes die Elemente der zuvor diskutierten "Inneren Trocknung" zur Abbindung noch verbliebener Restfeuchte mitverwendet werden.

Für den Einsatz im erfindungsgemäßen Verfahren eignen sich insbesondere wäßrige Zubereitungen solcher Wertstoffe beziehungsweise Wertstoffkombinationen aus dem Gebiet der Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel, die durch kurzfristige Einwirkung von Wasser beziehungsweise Wasserdampf im Temperaturbereich von 100 bis 110°C nicht oder nicht wesentlich geschädigt werden. Geeignet sind insbesondere als Wertstoffbestandteile Komponenten dieser Art, die unter den Arbeitsbedingungen den angegebenen Temperaturbereich wenigstens für einen Zeitraum von etwa 0,5—1 min. schadlos überstehen. Durch Steuerung der Verfahrensparameter — neben der Auslegung der Sprühtrocknungszone seien beispielsweise genannt der erfindungsgemäß eingesetzte Arbeitstemperaturbereich und die Tröpfchen- beziehungsweise Partikelgröße des versprühten Gutes — wird es möglich, die Verweildauer der jeweiligen Partikel unter den Bedingungen des überhitzten Wasserdampfes im Sekundenbereich zu wählen. Entscheidend ist, daß der Zeitraum dieser Temperatureinwirkung im erfindungsgemäßen Verfahrenstyp so kurz gehalten werden kann, daß unter den gewählten Arbeitsbedingungen substantielle Schädigungen des zu trocknenden Gutes noch nicht auftreten. So können beispielsweise auch an sich hydrolysegefährdete Tensidverbindungen unter diesen Arbeitsbedingungen Verweilzeiträume von einigen Minuten weitgehend unbeschadet überstehen. So wird es möglich, daß man im erfindungsgemäßen Trocknungsverfahren wäßrige Zubereitungen wasserlöslicher und/oder unlös-

licher organischer und/oder anorganischer Wertstoffe aus Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmitteln der Trocknung unterwirft, die beispielsweise den nachfolgenden Stoffklassen zuzuordnen sind: Komponenten mit Tensid- beziehungsweise Emulgatorwirkung, anorganische und/oder organische Gerüstsubstanzen oder Builder-Komponenten, Waschalkalien, Stellmittel beziehungsweise Neutralsalze, Textilweichmacher, Bleichaktivatoren, Hilfsstoffe zur Verbesserung des Schmutztragevermögens der Flotten wie Vergrauungsinhibitoren oder auch Abrasivstoffe.

Wird die Beibehaltung nicht unbeträchtlicher Wassermengen im Produkt der Haupttrocknung und damit gegebenenfalls die Bindung dieses Restwassers zur Sicherung der lagerbeständigen Schütt- beziehungsweise Rieselfähigkeit des Trockengutes gefordert, so werden erfindungsgemäß Hilfsstoffe eingesetzt, die bevorzugt als partikulärer Festkörper zur Wasserfixierung befähigt sind. Eine solche Fixierung von Restwasser kann beispielsweise über dessen Einbindung als Kristallwasser erfolgen. Ebenso ist aber auch eine rein absorptive Bindung begrenzter Wassermengen in Feststoffteilchen der hier betroffenen Art möglich, ohne daß dadurch eine unerwünschte Klebrigkeit beziehungsweise Haftung der Teilchen gegeneinander ausgelöst werden muß. Die Hilfsstoffe werden dabei in wenigstens so hinreichenden Mengen eingesetzt, daß trotz der im Gut verbliebenen Restfeuchte die Sicherstellung der Schütt- und Lagerbeständigkeit gewährleistet ist.

Die das Restwasser bindenden Hilfsstoffe können in einer Ausführungsform der Erfindung dem getrockneten Frischgut zweckmäßigerweise unmittelbar nach dessen Ausschleusung aus dem Verfahren zugesetzt und damit intensiv vermischt werden. In bevorzugten Ausführungsformen werden die Restwasser bindenden Hilfsstoffe allerdings wenigstens anteilsweise, vorzugsweise wenigstens überwiegend oder in der Regel in ihrer Gesamtmenge schon den wäßrigen Wertstoffzubereitungen vor ihrer Sprühtrocknung zugemischt. Möglich ist diese zuletzt genannte Ausführungsform immer dann, wenn die jeweilige Temperatursensitivität des zu trocknenden Gutes eine so weitgehende Trocknung zuläßt, daß die verbleibende Restfeuchte in hinreichendem Ausmaß durch solche mitverwendeten Hilfsstoffe aufgenommen und abgeboten werden kann.

In einer in diesem Zusammenhang bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden als Restwasser bindende Hilfsstoffe entsprechende Wertstoffe aus dem Bereich der Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel eingesetzt, die ihrerseits hinreichend temperaturunempfindlich sind. Typische Beispiele hierfür sind Kristallwasser bindende anorganische Wertstoffe aus den Klassen der Builder-Komponenten, der Waschalkalien und/oder der sogenannten Stellmittel. Typische Beispiele der hier aufgezählten Wertstoff-Unterklassen sind Kristallwasser bindende Silikatverbindungen, insbesondere aus der Klasse der Zeolithe. Ein für Textilwaschmittel besonders charakteristisches Beispiel ist hier heute der Zeolith-NaA in Waschmittelqualität und einem Calciumbindevermögen im Bereich von 100–200 mg CaO/g – vergleiche hierzu die Angaben der DE 24 12 837. Typische Beispiele für Kristallwasser bindende Waschalkalien sind Soda oder Natriumbicarbonat, während als Neutralsalz beziehungsweise Stellmittel dem Natriumsulfat eine ausgeprägte Fähigkeit zur Bindung von beträchtlichen Mengen an Kristallwasser zukommt. Neben oder anstelle solcher Hilfsstoffe mit der Fähigkeit zur Kristallwasserbindung kann

aber das Restwasser auch durch Hilfsmittel beziehungsweise entsprechende Wertstoffe mit der Fähigkeit zur absorptiven Wasserbindung eingesetzt werden. So ist es bekannt, daß bekannte Vergrauungsinhibitoren auf Stärke- beziehungsweise Zellulosebasis, textilweichmachende Hilfsmittel insbesondere auf Basis anorganischer, quellfähiger Silikate aber auch eine Reihe von unter Normalbedingungen festen organischen Tensidverbindungen in der Lage sind, nicht unbeträchtliche Wassermengen aufzunehmen ohne mit einer unerwünschten Oberflächenklebrigkeit darauf zu reagieren.

Je nach der Temperaturempfindlichkeit der eingesetzten Wertstoffe beziehungsweise Wertstoffgemische einerseits und der Natur und der Menge der gegebenenfalls mitverwendeten Hilfsstoffe andererseits, können beträchtliche Restwassergehalte im feinteilig aufgetrockneten Gut zurückbleiben ohne dessen lagerbeständige Schütt- und Rieselfähigkeit zu gefährden. Erfindungsgemäß ist dementsprechend vorgesehen, die Trocknung mit überhitztem Wasserdampf bei Restwassergehalten des aus der Sprühzone entnommenen Gutes im Bereich von etwa 0,5–20 Gew.-% abzubereiten, wobei Restwassergehalte im Bereich von etwa 5–12 Gew.-% bevorzugt sein können. Die hier angegebenen Gew.-%-Bereiche beziehen sich dabei jeweils auf das Gewicht des aus der Wasserdampfzone entnommenen feinteiligen Gutes. Erfindungsgemäß ist es allerdings weiterhin bevorzugt, den Anteil dieses Restwassers, der nicht als Kristallwasser gebunden ist, einzugrenzen. So kann es zweckmäßig sein, diesen Wasseranteil auf höchstens etwa 10 Gew.-%, vorzugsweise auf nicht mehr als etwa 5–7 Gew.-% und zweckmäßigerweise auf Werte von höchstens etwa 1–3 Gew.-% einzugrenzen. Auch hier gilt zur Gew.-%-Angabe das zuvor Gesagte. Unter Berücksichtigung des Fachwissens aus dem hier angesprochenen Sachgebiet gelingt schon damit zuverlässig auch und gerade unter Einsatz des überhitzten Wasserdampfes bei hohen Arbeitstemperaturen die Kombination der angestrebten Eigenschaften: Temperaturschonende hinreichende Auftrocknung, Abbruch der Trocknungsreaktion, auch wenn noch beträchtliche Restwassergehalte im Gut vorliegen, um damit unerwünschte Temperatureinwirkungen auszuschließen, und gleichwohl Sicherstellung der lagerbeständigen Schütt- und Rieselfähigkeit im Sinne der Praxisanforderungen.

Wie bereits angegeben sieht das erfindungsgemäße Verfahren für die Stufe der Einstellung der jeweils gewünschten Restfeuchte zusätzliche Arbeitsmöglichkeiten vor, die neben oder anstelle des zuvor geschilderten Prinzips der inneren Trocknung zum Einsatz kommen können. Diese alternativen Arbeitsmöglichkeiten sehen die Homogenisierung und/oder die stufenweise Absenkung des Feuchtigkeitsgehaltes im zu trocknenden Gut vor, wobei sich an die Stufe der Sprühtrocknung eine oder mehrere Nachtroknungsstufen anschließen, die unter vergleichsweise gemäßigten Arbeitsbedingungen noch störende Feuchtigkeitsanteile austragen. Grundsätzlich sind hier alle dem Fachmann bekannten Nachtroknungen im direkten oder indirekten Kontakt mit Heißgasen geeignet. Die bevorzugte Alternative des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht auch für eine solche Nachtroknung in zweckmäßigerweise einer zusätzlichen Arbeitsstufe den Einsatz von überhitztem Wasserdampf vor. Zur Minderung der Gefährdung des temperatursensitiven Gutes kann die Einsatztemperatur des überhitzten Wasserdampfes niedriger liegen als in der Stufe der Sprühtrocknung. Besonders bewährt hat sich

jedoch die nachfolgende Alternative:

Das einen noch zu hohen Anteil an Restfeuchte aufweisende feinteilige Gut wird der Sprühtrocknungszone entnommen und in eine nachfolgende Wirbelschicht-trocknung übergeführt. Dabei kann eine partielle Agglomerierung des noch hinreichend feuchten Gutes aus der Sprühtrocknungszone zu einem größerem Agglomerat durchaus hingenommen werden oder sogar im Rahmen einer bevorzugten Ausführungsform im Sinne des erfindungsgemäßen Handelns liegen. Ein solcher partieller Agglomerierungsschritt kann insbesondere dazu dienen, den Feinanteil des der Sprühtrocknungszone entnommenen Gutes zu binden und dabei beispielsweise mit dem noch feuchteren Grobkorn dieses primären Trocknungsproduktes zu vereinigen. In der jetzt anschließenden Wirbelschichttrocknung wird in an sich bekannter Weise mit den stark erhöhten Feststoffdichten im Trocknungsraum gearbeitet, die zum intensiven Temperatúraustausch zwischen allen Feststoffteilchen der Wirbelschicht führen und damit unerwünschte Temperatursteigerungen in einem Anteil des zu trocknenden körnigen Gutes selbst dann verhindern, wenn auch hier mit Wasserdampf als Trocknungsgas gearbeitet wird, der auf vergleichsweise hohe Temperaturen überhitzt worden ist.

In einer solchen Nachtrocknungsstufe im Wirbelbett bedarf es in der Regel nur noch der Entfernung begrenzter Mengen der Restfeuchte um die lagerbeständige Rieselfähigkeit des körnigen Gutes sicherzustellen, so daß auch die Verweilzeit des Gutes in dieser Wirbelschichtnachbehandlung kurz gehalten werden kann und beispielsweise nur einige Minuten beträgt. Die Haupttrocknung in der Sprühzone und die Nachtrocknung in der Wirbelschicht können im Verbund eines kontinuierlichen Verfahrens oder aber auch als getrennte Verfahrensstufen unabhängig voneinander gefahren werden. Im einzelnen gilt hier das allgemeine Fachwissen.

In einer solchen nachgeschalteten zweiten Trocknungsstufe kann die noch vorliegende Restfeuchte anteilsweise oder praktisch vollständig ausgetragen werden. In praktischen Ausführungsformen wird bei Einsatz einer solchen Verfahrensmodifikation die Restfeuchte des der Sprühzone entnommenen Gutes zu wenigstens etwa 10—80%, vorzugsweise etwa 20—70% entnommen — % bezogen auf die Restfeuchte. Letztlich im Gut verbleibende Feuchte wird über die innere Trocknung unschädlich gemacht.

In einer wichtigen Ausführungsform wird das erfindungsgemäße Verfahren zur Trocknung von Wertstoffabmischungen für den Aufbau von Textilwaschmitteln eingesetzt. Die zu trocknenden wäßrigen Einsatzmaterialien enthalten dabei vorzugsweise waschaktive Tenside zusammen mit Gerüst- beziehungsweise Builder-Substanzen, sowie gewünschtenfalls Waschalkalien und/oder Neutralsalze. Bevorzugt ist hier wenigstens ein Anteil der jeweils eingesetzten Mehrstoffmischungen zur Bindung und/oder Fixierung von Restwasser insbesondere in Form von Kristallwasser befähigt. Ebenso wie im Sprühtrocknungsverfahren von Textilwaschmitteln wird bei solchen Stoffmischungen in aller Regel nicht das Textilwaschmittel in seiner Gesamtheit der Sprühtrocknung ausgesetzt. Hier steht die extreme Temperaturempfindlichkeit peroxidenthaltender Bleichkomponenten wie Perborat-Monohydrat beziehungsweise -Tetrahydrat beziehungsweise entsprechender anderer besonders temperatursensitiver Komponenten entgegen. Als weitere Beispiele seien genannt Enzyme, Duftstoffe, gegebenenfalls auch Bleichaktiva-

toren und andere Kleinkomponenten. Auch die Lehre der Erfindung sieht dementsprechend unter anderem die Herstellung sogenannter Mehrkomponenten-Turmpulver vor, die einen Großteil der das Fertigwaschmittel ausmachenden Komponenten in Mischung vereinigt enthalten, nachträglich aber noch mit flüssigen und/oder festen weiteren Wirkstoffkomponenten beaufschlagt beziehungsweise vermischt werden. Bekannte Beispiele für solche Flüssigkomponenten sind insbesondere leichtflüchtige niotensidische Komponenten, die im erfindungsgemäßen Verfahren zwar nicht mehr über das Abgas in die Umwelt entlassen werden, deren Zugabe zum Gesamtwaschmittel gleichwohl durch nachträgliches Aufdüsen auf ein erfindungsgemäß vorbereitetes saugfähiges Turmpulver einfach ausgestaltet werden kann.

Die Arbeitsbedingungen des erfindungsgemäßen Verfahrens ermöglichen den Einsatz hoher Temperaturen der im Kreislauf geführten Wasserdampfphase im Bereich des Trocknungsschrittes der Sprühtrocknung. In der Regel liegen die Arbeitstemperaturen oberhalb 150°C und vorzugsweise bei wenigstens etwa 200°C in der Gasphase. Dabei können Arbeitstemperaturen von 250°C und darüber besonders interessant sein, wobei insbesondere auch der Temperaturbereich von wenigstens 300°C, insbesondere 300—380°C in Betracht kommt. Für viele Fälle sind Arbeitstemperaturen im Bereich von etwa 270—350°C in der Wasserdampfphase besonders geeignet, dabei beziehen sich diese Temperaturangaben jeweils auf die Temperatur des der Sprühzone im Gleich- oder Gegenstrom zugeführten auf Optimal-Temperatur aufgeheizten Wasserdampfstromes. In an sich bekannter Weise sinkt im Verlaufe des Verweilens mit dem nassen beziehungsweise feuchten Gut die Temperatur des Wasserdampfes. Weitgehend energetische Überlegungen — insbesondere auch zu der beabsichtigten Weiterverwendung des auszukreisenden Dampfteilstromes — bestimmen die Mengenverhältnisse zwischen der zu verdampfenden flüssigen Wassermenge und der zugeführten Menge des überhitzten Wasserdampfes. Möglich sind hier Ausführungsformen, die nur eine beschränkte Absenkung der Dampftemperatur nach Verlassen der Sprühzone beispielsweise auf Werte im Bereich von etwa 190—250°C beinhalten, während in anderen Ausführungsformen eine weiterführende Ausnutzung der thermischen Energie des Wasserdampfes bis zu einer Absenkung der Dampftemperatur in die Nähe der Kondensationstemperatur unter Verfahrensbedingungen zweckmäßig beziehungsweise vorteilhaft sein kann. Im einzelnen werden diese Detailfragen durch die Ausgestaltung des Kreislaufverfahrens in seiner Gesamtheit mitbestimmt. Entsprechende Überlegungen gelten für den Einsatz von überhitztem Wasserdampf als Heißgas in einer gegebenenfalls vorgesehenen Nachtrocknungsstufe im Wirbelschichtverfahren. Auch die zuvor angegebenen Zahlenwerte gelten hier sinngemäß.

Grundsätzlich gilt für diese Überlegungen, daß im geschlossenen System mit einem Wasserdampfkreislaufstrom gearbeitet wird, dem der verdampfte Wasseranteil des Einsatzgutes entzogen wird, während der insbesondere im Trocknungsschritt abgegebene Energiebetrag dem Kreislaufstrom auf direktem Weg wieder zugeführt wird. Der abgezogene Wasserdampfteilstrom wird nach der Reinigung von mitgetragenen Gutanteilen in einer wichtigen Ausführungsform als Brauchdampf anderweitiger Verwendung zugeführt, nachdem gewünschtenfalls zunächst Druck und Temperatur die-

ses Dampfteilstromes den dort geforderten Bedingungen angeglichen worden sind. In einer anderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens kann es zweckmäßig sein, wenigstens einen Anteil dieses abgezogenen Dampfteilstromes zu kondensieren, um damit beispielsweise eine Naßwäsche des abgezogenen Dampfteilstromes und dessen Reinigung von mitgetragenen Gutanteilen zu bewirken. Die dabei anfallende wäßrige Flüssigphase kann zusammen mit den darin vorliegenden ausgekreisten Wertstoffanteilen in das Trocknungsverfahren zurückgeführt werden. In diesem Zusammenhang ist es beispielsweise möglich, dampfförmige Anteile des ausgekreisten Gasstromes zur Aufkonzentrierung einer solchen Waschflüssigphase einzusetzen. Die zurückgeführten Flüssiganteile mit Wertstoffgehalten können unmittelbar der Sprühzone zugeführt oder zunächst mit den wäßrigen Frischzubereitungen vermischt und in dieser Form zur Trocknung in die Sprühzone eingegeben werden.

Eine besonders interessante Ausführungsform der erfindungsgemäßen Lehre sieht die Rückgewinnung und Verwertung der Kondensationswärme des aus dem Kreislauf ausgeschleusten Wasserdampfanteiles vor. Durch den Einsatz geeigneter Arbeitsschritte kann dabei die Recyclisierung auch der geringen Wertstoffanteile sichergestellt werden, die über den ausgeschleusten Heißdampfstrom den primären Kreislauf des Dampfes verlassen haben. Hier kann beispielsweise unter Ausnutzung der Kondensationswärme des ausgeschleusten Dampfanteiles wie folgt gearbeitet werden:

In einer bevorzugt mehrstufigen Eindampfanlage wird unter Ausnutzung der Kondensationswärme des abgezogenen, überwiegend Dampf enthaltenden Mischgasstromes das Dampfkonkondensat aufkonzentriert. Das dabei anfallende Restkonzentrat wird in den Verfahrensprimärkreislauf zurückgeführt. Insbesondere kann dieses Restkonzentrat dem durch überhitzten Heißdampf zu trocknenden Wertstoffslurry zugegeben werden.

Gewünschtemfalls kann bei der Kondensation des aus dem Primärkreislauf ausgeschleusten Heißdampfes die dabei gegebenenfalls anfallende nicht kondensierbare Restgasphase — der gegebenenfalls vorliegende Anteil nicht kondensierbarer Bestandteile aus den zur Aufheizung eingesetzten Verbrennungsgasen, insbesondere Stickstoff und/oder Kohlendioxid — einer weiteren Aufarbeitungsstufe zugeführt werden. Diese Gasanteile können auf diese Weise von jetzt noch mitgeführten Restanteilen des Trocknungsgutes befreit werden. Geeignet sind hier beispielsweise Behandlungsstufen wie Verbrennung, die Behandlung in Biofiltern und/oder in Waschanlagen. Durch eine solche Kombination der Maßnahmen eines praktisch vollständigen Recyclisierens der jeweiligen Teilströme auf Dampfbasis und der zuverlässigen Vernichtung von letzten Restspuren in den vergleichsweise beschränkten Mengen nicht kondensierbarer Gase, eröffnet sich auf dem hier betroffenen Arbeitsgebiet großtechnischer Fertigung erstmalig die Möglichkeit, Wertstoffe und Wertstoffgemische aus dem Gebiet der Wasch- und Reinigungsmittel praktisch oder wenigstens sehr weitgehend Abluft-frei und frei von beladenem Abwasser zu gewinnen.

Unabhängig davon und zusätzlich zu diesen Überlegungen sind mit der erfindungsgemäßen Arbeitsmethode beträchtliche Energieeinsparungen im Vergleich mit der bis heute üblichen Heißgastrocknung möglich. So sinkt durch die Wasserdampfkreislaufführung auf vergleichsweise hohem Temperaturniveau die im Kreislaufverfahren aufzubringende Wärmemenge pro Kilo-

gramm des zu verdampfenden Wassers gegenüber den heute üblichen Trocknungsverfahren mit einmaligem Durchgang der heißen Trocknungsgase beträchtlich. Zusätzlich zur Schadstofffreiheit erfüllt das erfindungsgemäße Verfahren somit weiterführende Forderungen moderner Technologie für großtechnisch durchgeführte Verfahrensabläufe.

Im Nachfolgenden finden sich allgemeine Angaben von Wertstoffen für die unmittelbare oder mittelbare Verwendung bei der Herstellung von Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmitteln unter Einsatz der erfindungsgemäßen Arbeitsprinzipien, wobei dieses Zusammenstellen an heute üblichen Komponenten von Textilwaschmitteln dargestellt ist.

Als anionische Tenside sind zum Beispiel Seifen aus natürlichen oder synthetischen, vorzugsweise gesättigten Fettsäuren brauchbar. Geeignet sind insbesondere aus natürlichen Fettsäuren zum Beispiel Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren abgeleitete Seifengemische. Bevorzugt sind solche, die zu 50—100% aus gesättigten C₁₂—18-Fettsäureseifen und zu 0—50% aus Ölsäureseife zusammengesetzt sind.

Weiterhin geeignete synthetische anionische Tenside sind solche vom Typ der Sulfonate und Sulfate. Besondere Bedeutung kann dabei das erfindungsgemäße Verfahren für entsprechende Verbindungen pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs haben.

Als Tenside vom Sulfonatyp kommen Alkylbenzolsulfonate (C₉—15-Alkyl), Olefinsulfonate, d. h. Gemische aus Alken- und Hydroxyalkansulfonaten sowie Sulfonate in Betracht, wie man sie beispielsweise aus C₁₂—18-Monoolefinen mit end- oder innenständiger Doppelbindung durch Sulfonieren mit gasförmigem Schwefeltrioxid und anschließende alkalische oder saure Hydrolyse der Sulfonierungsprodukte erhält. Geeignet sind auch die Alkansulfonate, die aus C₁₂—18-Alkanen durch Sulfochlorierung oder Sulfoxydation und anschließende Hydrolyse beziehungsweise Neutralisation beziehungsweise durch Bisulfitaddition an Olefine erhältlich sind, sowie insbesondere die Ester von alpha-Sulfofettsäuren (Estersulfonate), zum Beispiel die alpha-sulfonierten Methylester der hydrierten Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren.

Wichtige Tensid- beziehungsweise Emulgatorkomponenten sind in diesem Zusammenhang auch die sogenannten Di-salze, die sich durch Verseifung der zuvor genannten Alpha-sulfonierten Fettsäure-Methylester beziehungsweise durch unmittelbare Sulfonierung von insbesondere gesättigten Fettsäuren — insbesondere C₁—18-Fettsäuren — herstellen lassen. Das erfindungsgemäße Verfahren schafft damit erstmalig die Möglichkeit großtechnisch problemfrei Tenside der hier und im nachfolgenden beschriebenen Art auf Naturstoffbasis in trockener rieselfähiger Konzentratform zur Verfügung zu stellen, die praktisch unbegrenzte Lagerbeständigkeit beinhaltet und damit einen wesentlichen Beitrag zum weltweit angestrebten ABS-Austausch leisten können.

Geeignete Tenside vom Sulfatyp sind die Schwefelsäuremonoester aus primären Alkoholen natürlichen und synthetischen Ursprungs, d. h. aus Fettalkoholen, zum Beispiel Kokosfettalkoholen, Talgfettalkoholen, Oleylalkohol, Lauryl-, Myristyl-, Palmityl- oder Stearylalkohol, oder den C₁₀—20-Oxoalkoholen, und diejenigen sekundärer Alkohole dieser Kettenlänge. Auch die Schwefelsäuremonoester der mit insbesondere 1 bis 6 Mol Ethylenoxid ethoxylierten Alkohole natürlichen und/oder synthetischen Ursprungs sind geeignete Kom-

ponenten. Als Beispiel für Synthese-Alkohole seien Verbindungen wie 2-Methyl-verzweigte C₉₋₁₁-Alkohole mit im Durchschnitt 3,5 Mol Ethylenoxid genannt. Ferner eignen sich sulfatierte Fettsäuremonoglyceride.

Die anionischen Tenside können in Form ihrer Natrium-, Kalium- und Ammoniumsalze sowie als lösliche Salze organischer Basen vorliegen.

Als nichtionische Tenside sind Anlagerungsprodukte von 1 bis 40, vorzugsweise 2 bis 20 Mol Ethylenoxid an 1 Mol einer aliphatischen Verbindung mit im wesentlichen 10 bis 20 Kohlenstoffatomen aus der Gruppe der Alkohole, Carbonsäuren, Fettamine, Carbonsäureamide oder Alkansulfonamide verwendbar. Besonders wichtig sind die Anlagerungsprodukte von 8 bis 20 Mol Ethylenoxid an primäre Alkohole, wie zum Beispiel an Kokos- oder Talgfettalkohole, an Oleylalkohol, an Oxoalkohole, oder an sekundäre Alkohole mit 8 bis 18, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen. Neben den wasserlöslichen Nonionics sind aber auch nicht beziehungsweise nicht vollständig wasserlösliche Polyglykolether mit 2 bis 7 Ethylenglykolether-Resten im Molekül von Interesse, insbesondere wenn sie zusammen mit wasserlöslichen, nichtionischen oder anionischen Tensiden eingesetzt werden. Es ist bereits zuvor darauf hingewiesen worden, daß auch im erfindungsgemäßen Verfahren der Verschleppungstendenz solcher nichtionischen Tenside dadurch Rechnung getragen werden kann, daß Komponenten dieser Art ganz oder teilweise nach Abschluß der Sprühtrocknung auf ein entsprechend vorgebildetes Turmpulver aufgetragen werden. Insbesondere kann das auch Gültigkeit für bei Raumtemperatur flüssige Niotenside haben.

Außerdem können als nichtionische Tenside auch Alkyglykoside der allgemeinen Formel $R-O-(G)_x$ eingesetzt werden, in der R einen primären geradkettigen oder verzweigten aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen bedeutet, G ein Symbol ist, das für eine Glykose-Einheit mit 5 oder 6 C-Atomen steht, und der Oligomerisierungsgrad x zwischen 1 und 10 liegt.

Als organische und anorganische Gerüst- beziehungsweise Builder-Substanzen eignen sich schwach sauer, neutral oder alkalisch reagierende lösliche und/oder unlösliche Komponenten, die Calciumionen auszufällen oder komplex zu binden vermögen. Geeignete und insbesondere ökologisch unbedenkliche Builder-Substanzen sind feinkristalline synthetische Zeolithe der bereits geschilderten Art. Als weitere Builder-Bestandteile, die insbesondere zusammen mit den Zeolithen eingesetzt werden können, kommen (co-)polymere Polycarboxylate in Betracht, wie Polyacrylate, Polymethacrylate und insbesondere Copolymere der Acrylsäure mit Maleinsäure, vorzugsweise solche mit 50% bis 10% Maleinsäure. Das Molekulargewicht der Homopolymere liegt im allgemeinen zwischen 1000 und 10 000, das der Copolymeren zwischen 2000 und 200 000, vorzugsweise 50 000 bis 120 000, bezogen auf freie Säure. Ein besonders bevorzugtes Acrylsäure-Maleinsäure-Copolymer weist ein Molekulargewicht von 50 000 bis 100 000 auf. Geeignete, wenn auch weniger bevorzugte Verbindungen dieser Klasse sind Copolymere der Acrylsäure oder Methacrylsäure mit Vinylethern, wie Vinylmethylether, in denen der Anteil der Säure mindestens 50% beträgt. Brauchbar sind ferner Polyacetalcarbonsäuren, wie sie beispielsweise in den US-Patentschriften 41 44 226 und 41 46 495 beschrieben sind sowie polymere Säuren, die durch Polymerisation von Acrolein und anschließende Disproportionierung mit-

tels Alkalien erhalten werden und aus Acrylsäureeinheiten und Vinylalkoholeinheiten beziehungsweise Acrol-eineinheiten aufgebaut sind.

Brauchbare organische Gerüstsubstanzen sind beispielsweise die bevorzugt in Form ihrer Natriumsalze eingesetzten Polycarbonsäuren, wie Citronensäure und Nitrilotriacetat (NTA), sofern ein derartiger Einsatz aus ökologischen Gründen nicht zu beanstanden ist.

In Fällen, in denen ein Phosphat-Gehalt toleriert wird, können auch Phosphate mitverwendet werden, insbesondere Pentanatriumtriphosphat, gegebenenfalls auch Pyrophosphate sowie Orthophosphate, die in erster Linie als Fällungsmittel für Kalksalze wirken.

Geeignete anorganische, nicht komplexbildende Salze sind die — auch als "Waschalkalien" bezeichneten — Bicarbonate, Carbonate, Borate oder Silikate der Alkalien; von den Alkalisilikaten sind vor allem die Natriumsilikate mit einem Verhältnis $Na_2O : SiO_2$ wie 1 : 1 bis 1 : 3,5 brauchbar. Aus den restlichen Gruppen üblicher Waschmittelbestandteile kommen zur Mitverwendung im erfindungsgemäßen Sprühtrocknungsverfahren insbesondere Komponenten aus den Klassen der Vergrauungsinhibitoren (Schmutzträger), der Neutralsalze und der textilweichmachenden Hilfsmittel in Betracht.

Geeignete Vergrauungsinhibitoren sind beispielsweise Carboxymethylcellulose, Methylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose und deren Gemische. Ein typisches Beispiel für einen geeigneten Vertreter der Neutralsalze ist das bereits erwähnte Natriumsulfat zu nennen. Geeignete Weichmacher sind beispielsweise quellfähige Schichtsilikate von der Art entsprechender Montmorillonite, beispielsweise Bentonit.

Hochtemperatursensitive und/oder bei Raumtemperatur flüssige übliche Mischungsbestandteile von Wasch- und Reinigungsmitteln, wie flüssige Niotensidkomponenten, Bleichmittel auf Basis von Per-Verbindungen, Enzyme aus der Klasse Proteasen, Lipasen und Amylasen beziehungsweise Bakterienstämme oder Pilze, Stabilisatoren, Parfüme, temperaturempfindliche Farbstoffe und dergleichen, werden wie bereits angegeben, zweckmäßigerweise mit den zuvor gewonnenen Trockenpulvern vermischt.

Beispiele

Beispiel 1

Ein Versuchstrockner vom Typ "Minor Produktion" der Firma Niro-Atomizer wurde mit einer direkten Überhitzung des Wasserdampf-Trocknungsgases betrieben, wobei das Kreislaufgas durch unmittelbares Einmischen von Rauchgasen eines Erdgasbrenners beheizt wurde. Bei dieser Betriebsweise wurde ein wäßriger Waschmittelslurry verwendet, dessen Feststoffanteil ca. 16 Gew.-% Tensid, 20 Gew.-% Soda, des weiteren Zeolith NaA, Wasserglas, Sokalan (R) sowie übliche Kleinkomponenten enthielt. Der Wasseranteil dieses Slurrys belief sich auf 50 Gew.-%. Der Slurry (Temperatur des Slurrys ca. 60°C) wurde mit einer Hohlkegeldüse (DN = 0,7 mm, Streukegel 45°) eingesprüht, wobei der Slurrystrom 16 l/h betrug, was 19,5 kg/h entspricht, hierbei betrug der Sprühdruk 6 bar. Als Eintrittstemperatur des Heizmediums in den Trockner wurden 350°C eingestellt, die sich bei einem Gasstrom von 199,8 kg/h ergebende Austrittstemperatur belief sich auf 174°C. Demnach erfolgte ein Energieeintrag in den Trockner von 61 531,6 kJ/h. Bei einer erzielten Verdampfungsleistung von 8,95 kg/h entspricht dies einem spezifischen

Energieverbrauch von 6875 kJ/kg.

Das auf diese Weise erzeugte Pulver wies einen Trockensubstanzgehalt von TS = 91,1 Gew.-% auf. Zur näheren Beschreibung des Produktes folgt das Ergebnis der Siebanalyse:

größer als 1,6 mm 0,86
größer als 0,8 mm 12,44
größer als 0,4 mm 23,16
größer als 0,2 mm 29,91
größer als 0,1 mm 27,71
kleiner/gleich 0,1 mm 5,76.

Die Schüttdichte des so erzeugten Pulvers betrug 520,1 g/l. Während des Versuches wurde am Kondensator ein Kondensatstrom von ca. 10,3 kg/h aufgefangen, was einer Wärmerückgewinnung von 24 840,5 kJ/h entspricht. Das kondensierte Wasser ist zum Teil bei der Verbrennung des Erdgases erzeugt worden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Trocknung von wasserhaltigen Wertstoffen oder Wertstoffgemischen, die als Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel und/oder zur Verwendung in solchen Mitteln geeignet sind und auch als wäßrige Zubereitungen vorliegen können, unter Einsatz von überhitztem Wasserdampf als Trocknungsgas, **dadurch gekennzeichnet**, daß der für die Wasserverdampfung benötigte Energiebetrag dem Dampfkreislaufstrom wenigstens anteilsweise durch Direkt-Beheizung mit Verbrennungswärme zugeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbrennungswärme vorzugsweise in Form heißer Verbrennungsgase außerhalb der Trocknungszone in den Dampfkreislauf eingespeist wird, während eine den zugeführten Verbrennungsgasen entsprechende Gasmenge dem Kreislaufgasstrom entnommen wird.
3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Einspeisung der heißen Verbrennungsgase in den Dampfkreislauf unter Bedingungen erfolgt, die eine Schädigung des Wertstoffgehalts im Dampfkreislaufstrom wenigstens weitgehend ausschließen, wobei bevorzugt mit statischen Mischelementen im Dampfkreislauf gearbeitet wird, in die auch die heißen Verbrennungsgase eingespeist werden.
4. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß zur Direkt-Beheizung als Brenngase Erdgas und/oder Wasserstoff eingesetzt werden.
5. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als O₂-Quelle für die Verbrennung mit — gegebenenfalls Stickstoff-abgereicherter — Luft oder mit Sauerstoff gearbeitet wird.
6. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß im stationären Betrieb zusätzlich zur Ausschleusung des verdampften Wasserbetrages dem im Kreislauf geführten Gasgemenge nicht mehr als etwa 10 Vol.-%, bevorzugt nicht mehr als etwa 5 bis 6 Vol.-% — Vol.-% bezogen auf Gaskreislaufmenge — entnommen werden.
7. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die dem Gaskreislauf entnommenen Anteile — gegebenenfalls nach einer Kondensation des Wasserdampfanteils im ausgeschleusten Gasgemenge — zur Befreiung von Rest-Wertstoffen einer Wasserwäsche unterworfen werden,

wobei das Waschwasser wenigstens anteilsweise wieder in die Dampf-Trocknung zurückgeführt werden kann.

8. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Gaskreislaufphase im Temperaturbereich von etwa 100 bis 450°C, vorzugsweise von etwa 115 bis 350°C, gehalten wird.

9. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß mit Dampfaustrittstemperaturen aus der Sprühtrocknungszone von wenigstens 150°C, vorzugsweise von wenigstens etwa 180°C, gearbeitet wird.

10. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknungsstufe als Sprühtrocknung und/oder als Trocknung in Wirbelschicht durchgeführt wird.

11. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknung des partikulären Gutes vor dessen Gefährdung durch thermische Einwirkung abgebrochen wird, wobei erforderlichenfalls die lagerbeständige Schütt-beziehungsweise Rieselfähigkeit des derart partiell aufgetrockneten Gutes durch Zusatz solcher Mischungsbestandteile sichergestellt wird, die zur Bindung begrenzter Wassermengen befähigt sind und/oder eine Nachbehandlung zur Homogenisierung des Restfeuchtegehaltes im partikulären Gut und/oder dessen Nachtrocknung unter Wertstoffschonenden Bedingungen angeschlossen wird.

12. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß man wäßrige Zubereitungen wasserlöslicher und/oder unlöslicher organischer und/oder anorganischer Wertstoffe aus Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmitteln, wie Komponenten mit Tensid-beziehungsweise Emulgator-Wirkung, anorganische und/oder organische Gerüstsubstanzen oder Builderkomponenten, Waschalkalien, Stellmittel beziehungsweise Neutralsalze, Textilweichmacher, Bleichaktivatoren, Hilfsstoffe zur Verbesserung des Schmutztragevermögens wie Vergrauungsinhibitoren und Abrasivstoffe, dem Verfahren unterwirft.

13. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Bindung des Restwassers Hilfsstoffe einsetzt, die als partikulärer Festkörper zur Wasserfixierung — beispielsweise über dessen Einbindung als Kristallwasser oder durch absorptive Bindung — befähigt sind und dabei in einer Ausführungsform in wenigstens so hinreichender Menge mitverwendet werden, daß die Schütt- und Lagerbeständigkeit des Trockengutes gewährleistet ist.

14. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Restwasser bindenden Hilfsstoffe wenigstens anteilsweise, vorzugsweise wenigstens überwiegend schon den wäßrigen Wertstoffzubereitungen vor ihrer Trocknung mit dem überhitzten Wasserdampf zugemischt worden sind.

15. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß als Restwasser bindende Hilfsstoffe entsprechende Wertstoffe aus dem Bereich der Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel, beispielsweise Kristallwasser bindende anorganische Wertstoffe aus den Klassen der Builderkomponenten, Waschalkalien und/oder Stellmittel, beziehungsweise organische Wertstoffe mit der Fä-

higkeit absorptiver Wasserbindung eingesetzt werden.

16. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß noch ein Restwasser enthaltendes Gut aus der Sprühtrocknung mit überhitztem Wasserdampf einer wenigstens 1stufigen Nachbehandlung unterworfen wird, die zu einer Homogenisierung der Restfeuchte im primär anfallenden, der Sprühtrocknungszone entnommenen Gut führt und/oder in Form einer Nach Trocknung vorgenommen wird, wobei solche Nachbehandlungen bevorzugt in Wirbelschicht durchgeführt werden, die ihrerseits mit überhitztem Wasserdampf als Heißgasstrom arbeiten.

17. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß man den Trocknungsschritt mit dem überhitzten Wasserdampf bei Restwassergehalten im Bereich von etwa 0,5 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise im Bereich von etwa 1 bis 12 Gew.-%, abbricht und dabei insbesondere den Gehalt an freiem, nicht als Kristallwasser gebundenen Wasser auf Werte von höchstens etwa 10 Gew.-% begrenzt — Gew.-% jeweils bezogen auf das Gewicht des aus der Trocknungszone entnommenen feinteiligen Gutes.

18. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß als Wertstoffe ausgewählte Einzelkomponenten organischer oder anorganischer Natur, vorzugsweise aus den Klassen der Tenside beziehungsweise Emulgatoren oder der Gerüstsubstanzen beziehungsweise Builder, insbesondere aus dem Gebiet der Wertstoffe für Textilwaschmittel als rieselfähiges Trockengut gewonnen werden, wobei auch deren Abmischungen mit wasserlöslichen und bevorzugt zur Kristallwasserbindung befähigten Salzen zur Absicherung der Rieselfähigkeit und Lagerbeständigkeit und/oder zur Einstellung des Schüttgewichtes dem Verfahren unterworfen werden können.

19. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß Wertstoffabmischungen für den Aufbau von Textilwaschmitteln aufgetrocknet werden, die vorzugsweise Tenside zusammen mit Gerüst- beziehungsweise Buildersubstanzen und gewünschtenfalls Waschalkalien und/oder Neutralsalzen enthalten.

20. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß in der Trocknungszone mit überhitztem Wasserdampf einer Einsatztemperatur von wenigstens etwa 200°C, vorzugsweise bei oder oberhalb 250°C als Heißgasstrom gearbeitet wird.

21. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß mit Innendruck des dampferfüllten Systems im Bereich des Normaldrucks, aber dabei vorzugsweise mit derart angehobenen Drucken gearbeitet wird, daß Lufteinbrüche — beispielsweise an Schadstellen — in das System verhindert werden, wobei System-Innendrucke unterhalb etwa 50 cm Wassersäule bevorzugt sind.

22. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß unter wenigstens anteiliger Rückgewinnung der Kondensationswärme des ausgeschleusten Dampfanteiles und dabei bevorzugt mit Rückführung der ausgetragenen Gutanteile in den Primärkreislauf wenigstens weitgehend oder praktisch Abgas- und Abwasser-frei gearbeitet wird.

23. Anwendung des Verfahrens nach Ansprüchen 1 bis 22 zur Gewinnung von rieselfähigen Tensidfeststoffen, die auch in Abmischung mit insbesondere löslichen anorganischen Salzen zu Absicherung der Rieselfähigkeit und/oder des Schüttgewichts vorliegen können.

24. Anwendung des Verfahrens nach Ansprüchen 1 bis 22, zur Herstellung von getrockneten Wertstoffen auf Silikat-Basis, die insbesondere in Textilwaschmitteln Verwendung finden können und dabei entsprechende quellfähige und/oder nichtquellfähige Vertreter wie Schichtsilikate, zum Beispiel Bentonite und/oder Zeolith-Verbindungen, insbesondere Zeolith-NaA in Waschmittelqualität umfassen.

25. Anwendung des Verfahrens nach Ansprüchen 1 bis 22, zur Gewinnung von Textil-Waschmittel-Schwerpulvern beziehungsweise -granulaten, denen Temperatursensitive und/oder wasserdampf-flüchtige Komponenten zum Aufbau der fertigen Textilwaschmittel zugesetzt werden können.

- Leerseite -

THIS PAGE BLANK (USPTO)